云 南 植 物 研 究 4(3)：302, 312, 1982
Acta Botanica Yunnanica

油松种子油中顺-5,11,14-二十碳三烯酸的分离鉴定

郭 煜 王红斗 王亚杰 李霞冰

（中国科学院林业土壤研究所）

ISOLATION AND IDENTIFICATION OF CIS -5,11,14- EICOSATRIENOIC ACID FROM SEED-OIL OF PINUS ATBULAEFORMIS CARR.

Guo Yu, Wang Hongdou, Wang Yaje and Li Xiabing

(Institute of Forestry and Pedology, Academia Sinica)

本实验从油松（*Pinus tabulaeformis* Carr.）种子油中用尿素包合法和柱层析结合的方法分离出一种不常见的脂肪酸，经 GC、UV、MS、NMR 和 IR 分析确证该酸为顺-5,11,14-二十碳三烯酸，此酸芬兰T. Lehtinen[4]美国T. Takagl[3]已有报道。

实 验

（一）顺-5,11,14-二十碳三烯酸的分析[1]

1.按常法制备混合脂肪酸，经气相色谱分析油松种子油中脂肪酸成分的百分含量为：月桂酸微量，豆蔻酸微量，棕榈酸5.1%，棕榈油酸0.9%，硬脂酸1.5%，油酸26.1%，亚油酸43.3%，顺-5,9,12-十八碳三烯酸15.9%，亚麻酸0.9%，此外还有三种未鉴定酸，其中一种经气质联用分析为二十碳三烯酸，含量为2.7%，本实验对这种酸进行了分离鉴定。

2.用尿素包合法分离脂肪酸 取油松种子油混合脂肪酸加入一定比例的尿素和无水乙醇（1：1：10）。然后在水溶上加热迴流至溶。将溶液充分混合，于室温下放置48小时后过滤，用少量无水乙醇洗涤，洗涤液与滤液合并，加入1/10(W/V)的尿素，于水溶上加热迴流溶解，然后在－5°C放置48小时后过滤，将滤液中再加入1/10(W/V)的尿素，加热溶解，在－20°C放置48小时，最后过滤，将所得包合物酸化、酯化，经气相色谱分析顺-5,11,14-二十碳三烯酸的含量为6—9%。〔下转312页续〕

本文于1982年4月2日收到。

本文承蒙沈阳医学院朱廷儒教授审阅，修改。本组何长江同志参加部份实验。色谱、红外、紫外由本所技术室胡连生、张丽珊和朱岩同志分析，质谱、核磁由辽宁省新技术研究所协助测定，在此表示谢意。

〔续302页正文〕

3.用硝酸银处理过的硅胶柱层法分离包合物的脂肪酸甲酯

层析柱：大柱：内径5厘米，柱长150厘米，内装500克用硝酸银处理的硅胶[2]；小柱：内径2.5厘米，柱长75厘米，内装150克用硝酸银处理的硅胶[2]。

将5克含顺-5,11,14-二十碳三烯酸6—9%的包合物脂肪酸甲酯溶于少量石油醚，倒入大柱，静置片刻，先以500毫升石油醚（沸点60—90°C）洗脱，然后用石油醚-乙醚（80:20）混合溶剂洗脱，收集每100毫升为一个流份，经气相色谱分析，将顺-5,11,14-二十碳三烯酸的流份集中在一起，其纯度为30—40%。

将上述流份再用小柱进行分离，收集每10毫升为一个流份，用气相色谱分析，将顺-5,11,14-二十碳三烯酸流份集中在一起，纯度达98%以上。

顺-5,11,14-二十碳三烯酸的鉴定[3、4]

顺-5,11,14-二十碳三烯酸甲酯UV $\lambda_{max}^{乙醇}$ 233，268处未见有吸收峰。MS m/e：320（M^+）289，164，150，135，121，110，109，95，81，67（基峰）57，55，43，41，40，31，29。^1H NMR δ：（60MHz，$CDCl_3$为溶剂，TMS内标）0.888，2.016，2.210，2.770，3.664，5.352，IR（涂膜法）10.3μ处未见有吸收峰，本实验NMR和IR与T. Lehtinen 报道完全一致，故确认此酸为顺-5,11,14-二十碳三烯酸。

参 考 文 献

〔1〕 朱廷儒等，1980：东北油脂植物及油脂成分测定法。辽宁人民出版社。

〔2〕 郭 煜等，1981：鱼鳞云杉种子油中顺-5,9,12-十八碳三烯酸的分离和鉴定，云南植物研究 3（4）：467—469。

〔3〕 T. Takagl, 1964: J. Am. Oil. Chem. Soc. 41: 516—519.

〔4〕 T. Lehtinen, Eero Elomaa, 1963: J. Suomen Kemistilehti B. 36, 124.